



#3

Docket: GIS-3.2.026/4049

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicants : Konrad GROB, et al
Assignee : Thermoquest Italia, S.p.A.
USSN : 09/898,505
Filed : July 3, 2001
For : METHOD AND DEVICE FOR
VAPORIZATION INJECTION
Art Unit: : To be assigned
Examiner : To be assigned

B.K.
12-10-01

BOX MISSING PARTS - NO FEE
Assistant Commissioner for Patents
US Patent & Trademark Office
Washington DC 20231

Dear Sir:

SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

The above referenced patent application was filed on July 3, 2001 claiming priority from Italian Patent Application No. MI2000A001634 filed 19 July 2000. Submitted herewith

MAILING CERTIFICATE

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: BOX MISSING PARTS, NO FEE - Assistant Commissioner for Patents, Washington, DC 20231 on the date indicated below:

Rosemarie Medina
Name

Rosemarie Medina
Signature

July 27, 2001
Date

is a certified copy of the Italian priority document to satisfy Applicants' claim for convention priority.

Respectfully submitted,

By: 

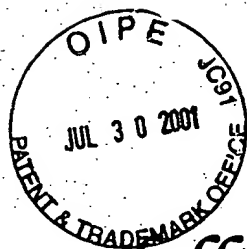
Robert J. Hess
Attorney of Record
USPO Reg. 32,139

COBRIN & GITTES
750 Lexington Avenue - 21st Floor
New York, NY 10022

Tel: (212) 486-4000
Fax: (212) 486-4007

Enclosure

G:\Apps\WPDATA\GISLON\4049-US\PRIORITY-DOC.wpd



Ministero delle Attività Produttive
Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività
Ufficio Italiano Brevetti e Marchi
Ufficio G2



Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per: Invenzione Industri

N. MI2000 A 001634

*Si dichiara che l'unita copia è conforme ai documenti originali
depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.*

Roma, li **17 LUG. 2001**...

IL DIRIGENTE
IL DIRIGENTE
..... **Dr. A. CAPONE**

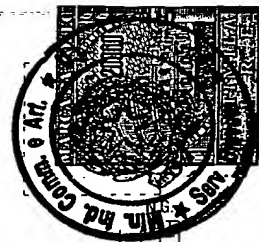
[Handwritten signature]

AL MINISTERO DELL'INDUSTRIA DEL COMMERCIO E DELL'ARTIGIANATO

MODULO A

UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI - ROMA

DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE, DEPOSITO RISERVE, ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO



A. RICHIEDENTE (I)

1) Denominazione THERMOQUEST ITALIA S.p.A.Residenza Rodano (MI)codice 07817950152

2) Denominazione _____

Residenza _____

codice _____

B. RAPPRESENTANTE DEL RICHIEDENTE PRESSO L'U.I.B.M.

cognome nome Ing. MARIETTI Giuseppe

cod. fiscale _____

denominazione studio di appartenenza MARIETTI e GISLON S.r.l.via Largan. 16città Milanocap 20122(prov) MIC. DOMICILIO ELETTIVO destinatario //via //

n. _____

città //

cap _____

(prov) _____

D. TITOLO

classe proposta (sez/cl/scl) _____

gruppo/sottogruppo _____

"Metodo e dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione"

ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO:

SI ☐ NO ☒

SE ISTANZA: DATA _____

N° PROTOCOLLO _____

E. INVENTORI DESIGNATI

cognome nome

1) GROB Konrad3) MAGNI Paolo

cognome nome

2) MUNARI Fausto

4) _____

F. PRIORITÀ

nazione o organizzazione

tipo di priorità

numero di domanda

data di deposito

allegato
S/R

1) _____

2) _____

SCIOGLIMENTO RISERVE

Data

N° Protocollo

G. CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA CULTURE DI MICRORGANISMI, denominazione _____

H. ANNOTAZIONI SPECIALI

DOCUMENTAZIONE ALLEGATA

N. es.

Doc. 1) 12 PROV n. pag. 16

riassunto con disegno principale, descrizione e rivendicazioni (obbligatorio 1 esemplare) _____

Doc. 2) 12 PROV n. tav. 02

disegno (obbligatorio se citato in descrizione, 1 esemplare) _____

Doc. 3) 10 RIS

lettera d'incarico, procura o riferimento procura generale _____

Doc. 4) 10 RIS

designazione inventore _____

Doc. 5) 10 RIS

documenti di priorità con traduzione in italiano _____

Doc. 6) 10 RIS

autorizzazione o atto di cessione _____

Doc. 7) 10

nominativo completo del richiedente _____

8) attestati di versamento, totale lire TRECENTO SESSANTACINQUEMILA=

obbligatorio

COMPILATO IL 18/07/2000

FIRMA DEL(I) RICHIEDENTE(I)

Ing. MARIETTI GiuseppeCONTINUA SI/NO NODEL PRESENTE ATTO SI RICHIEDE COPIA AUTENTICA SI/NO SI

UFFICIO PROVINCIALE IND. COMM. ART. DI _____

MILANO

codice 15

VERBALE DI DEPOSITO

NUMERO DI DOMANDA

MI2000A 001634

Reg. A.

L'anno XXXXXXDUEMILA

il giorno

DICIANNOVE

del mese di

LUGLIO

il(i) richiedente(i) sopraindicato(i) ha(hanno) presentato a me sottoscritto la presente domanda, corredata di n.

00

fogli aggiuntivi per la concessione del brevetto soprariportato.

I. ANNOTAZIONI VARIE DELL'UFFICIALE ROGANTE

IL DEPOSITANTE

Galidella Grimalditimbro
dell'Ufficio

L'UFFICIALE ROGANTE

M. CORTONESIM. COI

RIASSUNTO INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE, DESCRIZIONE E RIVENDICAZIONE

NUMERO DOMANDA

M12000 A00 1634

REG. A

DATA DI DEPOSITO

19 07 2000

NUMERO BREVETTO

DATA DI RILASCIO

/ /

D. TITOLO

"Metodo e dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione"

L. RIASSUNTO

L'invenzione concerne un dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione di campioni in un apparecchio di analisi gas-cromatografica, comprendente una camera di vaporizzazione longitudinale allungata e riscaldata, nonché una siringa dotata di un ago, il dispositivo essendo del tipo in cui l'introduzione del campione è effettuata senza preventiva vaporizzazione del campione stesso nell'ago, ed essendo inoltre previsto almeno un mezzo di arresto e vaporizzazione del liquido entro la camera di vaporizzazione. Al fine di migliorare le condizioni di vaporizzazione e di trasferimento del campione, la distanza fra l'estremità libera dell'ago e il detto mezzo di arresto e vaporizzazione del liquido è maggiore di 55 mm (Fig. 1).

M. DISEGNO

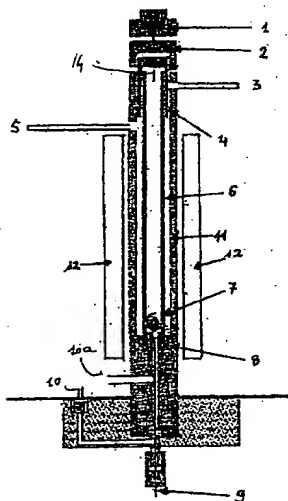


Fig. 1



Ing. G. G. (n. iscr. 175)
Dr. G. G. (n. iscr. 513)
Ing. G. Valentini (n. iscr. 539)

Descrizione dell'invenzione che ha per titolo:

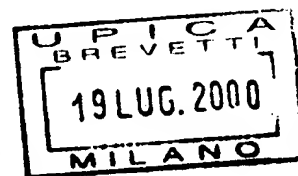
Titolo: "Metodo e dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione".

A nome: THERMOQUEST ITALIA S.p.A., di nazionalità italiana,
con sede a Rodano (MI)

Inventori: - GROB Konrad

- MUNARI Fausto

- MAGNI Paolo



La presente invenzione concerne un dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione in un apparecchio per analisi gas-cromatografica.

Sono noti diversi metodi di iniezione a vaporizzazione in apparecchi di analisi gas-cromatografica in cui i campioni, costituiti dalle sostanze da analizzare e da un solvente, sono iniettati a mezzo di siringhe dotate di aghi, in camere di vaporizzazione, solitamente a forma di cilindri riscaldati, in cui detti campioni vaporizzano e quindi passano nella colonna capillare per l'analisi. Le modalità di iniezione possono essere split o splitless, a seconda che il campione venga trasportato nella colonna solo in parte ("split mode") o nella sua totalità ("splitless mode"). E' in ogni caso importante che il campione vaporizzi in modo ottimale e nella sua totalità entro la camera di vaporizzazione, posta sopra l'entrata della colonna, dove viene temporaneamente stoccato prima di essere inviato alla colonna per l'analisi.

I sistemi di vaporizzazione noti prevedono di operare con aghi lunghi tali da iniettare il campione al centro o sul fondo della camera di vaporizzazione. In particolare per il metodo splitless, secondo la tecnica

MI 2000A001634

attuale, gli aghi devono raggiungere un punto tale per cui il centro della vaporizzazione si trova poco sopra l'entrata della colonna. Ciò per evitare che si verifichino perdite di campione verso l'alto della camera.

In questi sistemi, la camera di vaporizzazione è completamente riscaldata ad una temperatura superiore alla temperatura di vaporizzazione del campione da analizzare ed il campione iniettato dall'ago è immediatamente vaporizzato.

Per la vaporizzazione del campione vengono adottate due tecniche alternative. Una prima tecnica comunemente impiegata prevede una vaporizzazione cosiddetta flash del campione nella camera, con preriscaldamento e pre-vaporizzazione del campione nell'ago. La permanenza dell'ago nella camera aumenta la temperatura all'interno dello stesso e questo determina una violenta evaporazione del solvente presente nel campione che porta ad espellere il liquido fuori dall'ago con un'elevata pressione; all'uscita dall'ago, il liquido viene spruzzato in piccole goccioline formando un aerosol in modo che le goccioline sono rallentate e possono così essere subito vaporizzate. Gli inconvenienti di detta tecnica sono legati alla scarsa robustezza degli aghi impiegati per questo tipo di iniezione, che devono essere inevitabilmente lunghi, e al fenomeno della discriminazione, principalmente perché una parte alto bollente del campione può rimanere dentro l'ago.

Come risultato le camere di vaporizzazione convenzionali assumono normalmente dimensioni più corte di quelle ottimali con volumi interni più ridotti di quelli desiderabili. Frequentemente possono allora verificarsi anche a perdite di campione attraverso la testa della camera e lo

spurgo del setto dovute al fenomeno dell'"overflow".

La seconda tecnica alternativa, cosiddetta "cold-fast injection", prevede l'introduzione dell'ago e l'espulsione del liquido in frazioni di secondo per eliminare o sostanzialmente ridurre i fenomeni di riscaldamento del campione nell'ago e la conseguente discriminazione. Questa tecnica presenta però altri inconvenienti, ad esempio quello di poter essere attuata solo mediante campionatori automatici e non anche in modo manuale, non essendo possibile per un operatore effettuare manualmente tutti i movimenti richiesti da questa tecnica che richiede di operare in un tempo dell'ordine dei 500 millesimi di secondo o inferiore. Come conseguenza, la vaporizzazione del campione nell'iniettore risulta essere sostanzialmente diversa a seconda che l'iniezione sia manuale o automatica e i risultati dell'analisi ottenuta secondo le due modalità non sono omogenei.

La presente invenzione parte dalla scoperta di uno degli inventori secondo la quale, qualora si effettui l'iniezione del campione senza la tecnica "termospray", ovvero qualora l'iniezione sia effettuata evitando la vaporizzazione del campione nell'ago, il liquido emesso forma un getto o banda liquida, che si muove lungo la camera restando praticamente inalterato per un lungo tratto, senza toccare le pareti della camera in quanto respinto dalla vaporizzazione di piccole quantità di solvente in corrispondenza di tali pareti.

Sulla base di tale osservazione, si è riusciti a creare un dispositivo di iniezione a vaporizzazione che elimina gli inconvenienti della tecnica nota e consente di analizzare con grande affidabilità anche campioni di

Ing. G. Valentini
Dr. G. Valentini
Ing. G. Valentini



notevole volume.

Si è così constatato, e ciò costituisce la base della presente invenzione, che l'iniezione di campioni senza vaporizzazione nell'ago, consente di superare le precedenti limitazioni relative al fatto che il campione doveva essere iniettato in prossimità del fondo della camera di vaporizzazione o in prossimità di un mezzo, quale un impaccamento od altro ostacolo, di arresto e vaporizzazione del liquido. Pertanto, l'invenzione concerne un dispositivo a iniezione a vaporizzazione del tipo senza vaporizzazione nell'ago, in cui la distanza fra la punta od estremità libera dell'ago e il mezzo di arresto e vaporizzazione è molto più grande di quella prevista nella tecnica nota ed in particolare maggiore di 55 mm. e preferibilmente maggiore di 80 mm.

Il valore minimo sopra citato è stato stabilito per consentire di realizzare in modo affidabile l'iniezione a vaporizzazione anche di grandi quantità di campioni, senza che si verifichino perdite per "overflow" come sopra detto.

Per ottenere un'erogazione del campione sotto forma di banda liquida è fondamentale che l'interno dell'ago sia freddo, ovvero ad una temperatura inferiore alla temperatura di ebollizione del solvente alla pressione regnante entro l'ago stesso, e ciò per tutta la durata dell'iniezione.

Un primo modo per ottenere ciò è di usare un ago molto corto, che risulta ora utilizzabile data la prevista distanza fra punta dell'ago e mezzo di arresto e vaporizzazione del liquido. Un eventuale minima vaporizzazione prima dell'iniezione in tale ago corto non influisce

sostanzialmente sull'emissione del campione in forma di getto o banda. Tuttavia è possibile mettere in atto altri accorgimenti per garantire tale tipo di emissione in ogni condizione operativa. Questi accorgimenti, che possono essere applicati congiuntamente o singolarmente, consistono essenzialmente in:

- una riduzione del diametro interno dell'ago, per ridurre la quantità di campione presente nell'ago stesso prima dell'inizio dell'emissione,
- il mantenimento della testa dell'iniettore, e quindi dell'ago, in condizioni di temperatura relativamente bassa – per raffreddamento o semplice scambio termico con l'ambiente – in modo che la temperatura nell'ago rimanga inferiore a quella di vaporizzazione del solvente prima e durante l'iniezione,
- la protezione dell'ago con un rivestimento termoisolante.
- la realizzazione dell'ago in un materiale termoisolante.

L'invenzione sarà ora descritta in modo dettagliato con riferimento a particolari forme di realizzazione della stessa, illustrate a titolo esemplificativo nei disegni allegati, in cui

La Fig. 1 è una rappresentazione schematica di un iniettore a vaporizzazione realizzato e operante secondo i principi dell'invenzione.

La Fig. 2 è una rappresentazione schematica di un iniettore modificato per meglio sfruttare i vantaggi derivanti dall'invenzione.

Con riferimento alla figura 1, il corpo dell'iniettore 11 accoglie una camera di vaporizzazione 6 al di sopra della quale è posizionato un setto 1 fissato sull'iniettore dall'elemento di tenuta 2.

La camera di vaporizzazione 6 è riscaldata di preferenza solo nella

porzione inferiore ad opera di elementi riscaldanti 12 ben noti, mentre la porzione superiore, chiusa da una coppa 4, è preferibilmente raffreddata o comunque non riscaldata.

L'iniettore comporta inoltre un condotto 5 per l'entrata del gas di trasporto ("carrier") e un condotto 3 utilizzato nelle operazioni di pulizia del setto ad opera del "carrier". La camera di vaporizzazione è fissata al corpo dell'iniettore a mezzo di una tenuta 8 che è preferibilmente di tipo metallico. I condotti 10 e 10a indicano schematicamente le possibili posizioni delle linee di splittaggio. Il campione, prelevato secondo le tecniche note, viene introdotto nella camera mediante una microsiringa il cui ago 14, di dimensioni preferibilmente ridotte rispetto agli aghi convenzionali, perfora il setto 1 per raggiungere un punto predeterminato della camera e iniettare il campione allo stato liquido come un getto "a banda" che percorre il resto della camera di vaporizzazione fortemente riscaldato con una velocità tale che il trasferimento di calore e la conseguente vaporizzazione sono trascurabili. In ogni caso, la banda liquida viene respinta da una sorta di effetto "cuscinetto" determinato dalla vaporizzazione di minime quantità di solvente sulle pareti della camera, in modo che tale banda rimane inalterata attraversando longitudinalmente la camera stessa, e seguendone la configurazione anche nel caso in cui questa sia incurvata.

In particolare, il campione viene iniettato in corrispondenza o in prossimità della porzione superiore raffreddata o non riscaldata della camera di vaporizzazione, tramite un ago 14 di lunghezza ridotta, ad

esempio tale da penetrare nella camera per un tratto non superiore a 30 mm.

Per la vaporizzazione, il campione liquido viene trasferito su di un mezzo di arresto e vaporizzazione quale ad esempio un impaccamento in lana di vetro o in silice fusa disattivata oppure un materiale per colonne impaccate, indicato nelle figure con il riferimento 7. Alternativamente il campione viene fermato su un ostacolo o intrappolato fra ostacoli, come ad esempio avviene nel "laminar liner" fornito dalla società Restek.

La posizione di detti impaccamenti o ostacoli all'interno della camera determina il punto centrale di vaporizzazione del campione e pertanto essi permettono di evitare che goccioline di liquido entrino nella colonna 9 o passino direttamente nel condotto di splittaggio.

Come visto, dovendo l'ago penetrare nella camera di vaporizzazione solo per un breve tratto (corrispondente alla porzione raffreddata o non riscaldata) è sufficiente l'impiego di aghi corti, che permettono di iniettare con formazione di una banda di liquido, anche nel caso di iniezioni più lente effettuate manualmente o mediante un autocampionatore che imita l'iniezione manuale.

E ancora, eliminando il problema degli aghi lunghi necessari per raggiungere il fondo della camera, possono essere utilizzate secondo l'invenzione delle camere di lunghezza maggiore per aumentare la capacità della camera e come conseguenza per evitare perdite dovute all'"overflow".

Secondo un aspetto preferito, gli aghi impiegati secondo l'invenzione

Ing. G. Valentini (175)
Dr. G. Valentini (13)
Ing. G. Valentini (39)



possono avere una lunghezza inferiore a 30 mm, vantaggiosamente inferiore a 20 mm. Alternativamente detti aghi possono essere più lunghi ma introdotti solo parzialmente nella camera di vaporizzazione.

Preferibilmente il diametro interno dell'ago sarà molto piccolo, per aumentare la velocità di uscita del campione e allo stesso tempo ridurre la quantità di campione presente nell'ago. L'ago avrà ad esempio un diametro interno inferiore a 0,13 mm.

Compatibilmente con le caratteristiche dello strumento, in particolare con il setto impiegato, anche il diametro esterno dell'ago è di preferenza minimizzato per far sì che la capacità termica dell'ago sia ridotta. Così, l'ago ha preferibilmente una parete metallica molto sottile ed è eventualmente rivestito con uno strato esterno di un materiale termoisolante, in modo da ridurre al minimo il riscaldamento dell'ago. Alternativamente l'ago può essere completamente realizzato in un materiale polimerico termoisolante.

Secondo un aspetto preferito il setto 1 può essere sostituito con una valvola Merlin; il setto e la valvola Merlin saranno vantaggiosamente delle stesse dimensioni in modo da poter essere eventualmente interscambiabili. In particolare, l'impiego di una valvola Merlin permette di evitare i disturbi da contaminazione da siliconi costituenti i setti normalmente utilizzati.

Secondo un altro aspetto preferito, la camera di vaporizzazione ha una lunghezza superiore a 10 cm, vantaggiosamente superiore a 15 cm. In particolari casi detta camera può raggiungere una lunghezza superiore a 30 cm. Detta camera può eventualmente essere spiraliforme.

La possibilità di utilizzare una camera di vaporizzazione più lunga rispetto a quelle convenzionali offre importanti vantaggi; infatti l'"overflow" che si verifica iniettando il campione in modalità "splitless" nelle camere convenzionali, lunghe circa 80 mm, rappresenta una delle principali fonti di errore nelle analisi dal momento che i volumi dei vapori generati dalla vaporizzazione del campione sono grandi in rapporto al volume disponibile all'interno della camera.

Sarebbe teoricamente possibile aumentare il volume della camera di vaporizzazione allargandone il diametro ma ciò causerebbe un maggiore rimescolamento dei vapori al suo interno e una loro più grande diluizione con il "carrier". Oltre a ciò, si è verificato che la velocità del "carrier" nelle camere aventi diametro più ampio è di norma troppo bassa per l'ottenimento di un efficace trasferimento dei vapori nella colonna. Di conseguenza, si reputa più conveniente aumentare la capacità della camera, nella quale vengono immagazzinati temporaneamente i vapori del campione da analizzare, nel senso della lunghezza piuttosto che della larghezza.

Le operazioni di prelievo e di introduzione del campione nella camera di vaporizzazione 6 possono essere effettuate manualmente o mediante un campionatore automatico.

Si è rilevato che una velocità di uscita del campione dall'ago, quale normalmente si ottiene con iniezione manuale, pari a circa 10 m/secondo è sufficiente per trasferire il liquido ad un impaccamento a distanza di oltre 20 cm senza generare una vaporizzazione apprezzabile. Infatti se il campione di liquido lascia l'ago ad una velocità media di 10

m/s e copre una distanza di ad esempio 10 cm in circa 10 millisecondi; dal momento che l'evaporazione di 2 μ l di campione in un solvente in una camera alla temperatura di circa 250°C richiede da circa 100 millisecondi a circa qualche secondo, appare chiaro che tale periodo di tempo è troppo breve perché si abbia evaporazione di una parte significativa di campione o di solvente.

Se desiderato, l'invenzione può essere messa in pratica anche secondo la tecnica di iniezione che prevede l'introduzione di un ago vuoto ("empty needle"), oppure secondo una tecnica che prevede, prima dell'iniezione, una vaporizzazione del solo solvente nell'ago, tale da raffreddarlo fino alla temperatura desiderata per l'iniezione.

Per potere iniettare quantità elevate di campione si aumenta la capacità della camera tendendo ad eliminare i "volumi morti" esterni, il che consente di esaltare l'effetto di "impulso di pressione" che si verifica in modo sostanzialmente automatico nel corso dell'iniezione a vaporizzazione.

In particolare il liner 6 può essere costituito di materiale metallico quale ad esempio il "silcosteel" e fissato a mezzo di una tenuta di tipo metallico 8 sul fondo del corpo dell'iniettore 11.

Con tali accorgimenti, si possono ad esempio introdurre sino a 10 μ l di esano.

Il dispositivo dell'invenzione può essere utilizzato per effettuare analisi gas-cromatografiche in modalità "split" o "splitless".

L'analisi viene quindi effettuata come di consueto; il campione viene vaporizzato ad opera dell'alta temperatura della porzione inferiore della

camera e trascinato da un "carrier" che viene introdotto mediante il condotto 5; gli eventuali sistemi di splittaggio sono ricavati su condotti 10 o 10a.

L'analisi può eventualmente essere controllata da un software particolare per la regolazione della pressione del "carrier" sulla base degli altri parametri quali il diametro e la lunghezza della camera di vaporizzazione, la quantità di campione, la natura del solvente, ecc.

Il dispositivo comprende inoltre tutte le parti normalmente presenti nei sistemi analoghi e non interferenti con i nuovi aspetti di iniezione a vaporizzazione della presente invenzione.

Nella figura 2, dove sono stati usati gli stessi numeri di riferimento per indicare componenti uguali o simili a quelli illustrati in figura 1, è rappresentata una forma di realizzazione di un iniettore a vaporizzazione particolarmente studiata per ottimizzare i vantaggi dell'invenzione.

A differenza dell'iniettore di fig. 1, quello di fig. 2 ha un elemento riscaldante 12 disposto più in basso, verso il fondo della camera 6 e tale per cui l'effetto riscaldante massimo, sufficiente a vaporizzare tutto il campione, si presenta sul fondo della camera, mentre le parti della stessa al di sopra di tale zona sono riscaldate solo in misura sufficiente a realizzare l'effetto "cuscinetto" precedentemente esposto, che garantisce in mantenimento della banda liquida.

La camera 6 ("liner") presenta, a differenza di quella di figura 1, una restrizione ad imbuto sul fondo, indicata con 15, che continua verso il basso con uno stretto canale 16 in cui è posizionato il mezzo di arresto e vaporizzazione 7, ad esempio in lana di vetro, immediatamente sopra



l'imboccatura della colonna 9.

Questa particolare configurazione consente di far sì che la banda liquida sia convogliata nella zona dell'ostacolo 7, dove inizialmente il solvente e i composti più volatili vaporizzano e si espandono verso l'alto e verso la parte più allargata della camera. La vaporizzazione del solvente raffredda momentaneamente la zona più stretta che solo successivamente raggiunge la temperatura operativa. A questo punto evaporano i soluti che erano trattenuti in tale zona più stretta, formando un piccolo volume di vapori, che può essere trasferito in colonna con la massima efficienza.

Inoltre, nella zona ristretta la velocità del gas di trasporto è più elevata e determina un rapido trasferimento in colonna, evitando la degradazione di soluti labili e eventuali ritenzioni od adsorbimenti nella lana di vetro 7. Il solvente e i soluti volatili evaporati con il primo sono trasferiti anch'essi più facilmente nella colonna, malgrado la relativamente bassa temperatura della parte superiore della camera, dato che sono solo composti volatili.

RIVENDICAZIONI

1. Dispositivo per l'iniezione a vaporizzazione di campioni in un apparecchio di analisi gas-cromatografica, comprendente una camera di vaporizzazione longitudinale allungata e riscaldata, nonché una siringa dotata di un ago, il dispositivo essendo del tipo in cui l'introduzione del campione è effettuata senza preventiva vaporizzazione del campione stesso nell'ago, ed essendo inoltre previsto almeno un mezzo di arresto e vaporizzazione del liquido entro la camera di vaporizzazione, caratterizzato dal fatto che la distanza fra l'estremità libera dell'ago e il detto mezzo di arresto e vaporizzazione del liquido è maggiore di 55 mm.
2. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la detta distanza è superiore a 80 mm.
3. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detto ago si estende nella camera di vaporizzazione per una lunghezza inferiore a 30 mm.
4. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni precedenti, caratterizzata dal fatto che detto ago ha un condotto interno di diametro minore di 0,13 mm.
5. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, 3 o 4 in cui la porzione superiore di detta camera di vaporizzazione è raffreddata o non riscaldata.
6. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni da 1 a 5, in cui la parete esterna di detto ago è ricoperta di un materiale termoisolante.
7. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni da 1 a 5, in cui detto

ago è completamente realizzato in un polimero termoisolante.

8. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni da 1 a 7, in cui la lunghezza complessiva di detta camera di vaporizzazione è superiore a 10 cm.

9. Dispositivo secondo la rivendicazione 8, in cui la lunghezza complessiva di detta camera di vaporizzazione è superiore a 15 cm.

10. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni precedenti, in cui la camera di vaporizzazione è spiraliforme.

11. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni precedenti, in cui detta camera di vaporizzazione è realizzata in metallo.

12. Dispositivo secondo la rivendicazione 11, in cui detta camera di vaporizzazione è realizzata in "silcosteel".

13. Dispositivo secondo una delle rivendicazioni precedenti, in cui sulla testa dell'iniettore possono essere montati un setto convenzionale o una valvola Merlin.

14. Dispositivo secondo una o più delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che la camera di vaporizzazione presenta inferiormente una restrizione contenente il detto mezzo di arresto e vaporizzazione.

15. Dispositivo secondo la rivendicazione 14, caratterizzato dal fatto che la restrizione è raccordata alla parte superiore della camera da una parete a imbuto.

16. Dispositivo secondo la rivendicazione 13 o 15, caratterizzata dal fatto che sono previsti mezzi di riscaldamento per la camera di vaporizzazione operanti alla temperatura di vaporizzazione del

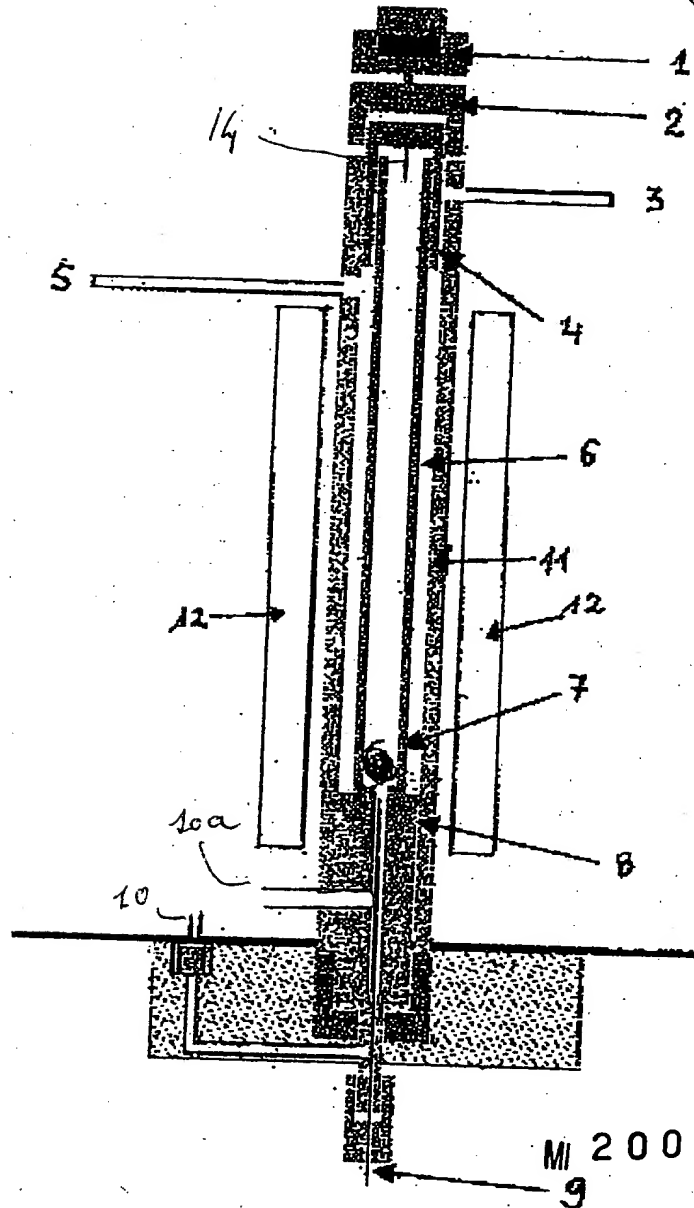
campione in corrispondenza della restrizione ed a temperature inferiori nella parte superiore della camera.

17. Metodo per vaporizzare un campione iniettato mediante una siringa con ago in una camera di vaporizzazione di un apparecchio di analisi gas-cromatografica, caratterizzato dal fatto di iniettare detto campione in corrispondenza o in prossimità di una porzione superiore di detta camera di vaporizzazione rilasciandolo in forma di banda attraversante ad altra velocità detta camera di vaporizzazione, di fermare il liquido con mezzi di arresto e di vaporizzare detto campione in una porzione inferiore riscaldata.

18. Metodo secondo la rivendicazione 17, in cui detto ago viene inserito in detta camera per un tratto non superiore a 30mm e in modo che la distanza tra la punta di detto ago e i mezzi di arresto del liquido è superiore a 55 mm.

Ing. G. M. Ietti (n. iscr. 175)
Dr. G. Sclon (n. iscr. 513)
Ing. G. Valentini (n. iscr. 539)





MI 2000A 001634

Fig. 1

Ing. G. Valentini (n. iscr. 176)
 Dr. G. Valentini (n. iscr. 513)
 Ing. G. Valentini (n. iscr. 539)

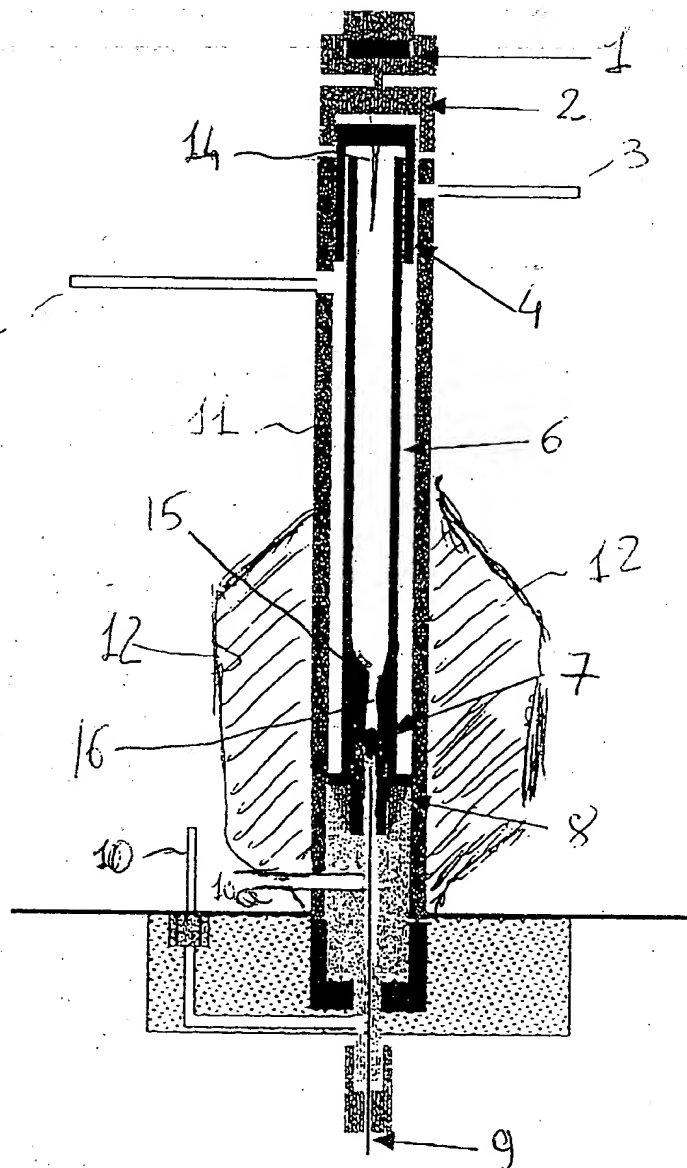
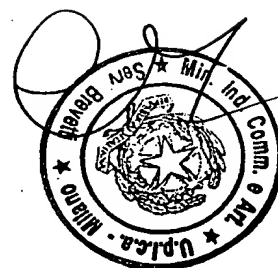


Fig. 2

MI 2000A001634



Ing. G. Mariotti (n. iscr. 175)
 Dr. G. Gion (n. iscr. 513)
 Ing. G. Valentini (n. iscr. 539)